



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 045 043 A1**

(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
18.10.2000 Bulletin 2000/42

(51) Int Cl.7: **C22C 21/16, C22F 1/057**

(21) Numéro de dépôt: **00420071.3**

(22) Date de dépôt: **10.04.2000**

(84) Etats contractants désignés:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE**
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **12.04.1999 FR 9904685**

(71) Demandeur: **Pechiney Rhenalu
75116 Paris (FR)**

(72) Inventeurs:
• **Ribes, Hervé
63500 Issouire (FR)**
• **Raynaud, Guy-Michel
26164 Ravenswood, W.V. (US)**
• **Dif, Ronan
38590 Saint-Etienne-de-Saint-Geoir (FR)**

• **Schmidt, Martin Peter
38140 La Murette (FR)**

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al
PECHINEY
Immeuble "SIS"
217 ,cours Lafayette
69451 Lyon Cedex 06 (FR)**

Remarques:

Une requête en rectification du 22.05.2000 concernant les pages 14, 17, et 21 a été présentée conformément à la règle 88 CBE. Il est statué sur cette requête au cours de la procédure engagée devant la division d'examen (Directives relatives à l'examen pratiqué à l'OEB, A-V, 3.).

(54) **Procédé de fabrication de pièces de forme en alliage d' aluminium type 2024**

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
- b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500 °C pour une durée entre 3 et 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée

comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,

- d) découpe des tôles,
- e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que le roulage, l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage,
- f) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- g) trempe,

la mise en forme pouvant intervenir avant ou après la mise en solution et la trempe.

L'invention s'applique notamment à la fabrication de panneaux de fuselage d'avions.

EP 1 045 043 A1



(12) **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

(43) Date de publication:
18.10.2000 Bulletin 2000/42

(51) Int Cl.7: **C22C 21/16, C22F 1/057**

(21) Numéro de dépôt: **00420071.3**

(22) Date de dépôt: **10.04.2000**

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorité: **12.04.1999 FR 9904685**

(71) Demandeur: **Pechiney Rhenalu**
75116 Paris (FR)

(72) Inventeurs:
• **Ribes, Hervé**
63500 Issolre (FR)
• **Raynaud, Guy-Michel**
26164 Ravenswood, W.V. (US)
• **Dif, Ronan**
38590 Saint-Etienne-de-Saint-Geoir (FR)

• **Schmidt, Martin Peter**
38140 La Murette (FR)

(74) Mandataire: **Mougeot, Jean-Claude et al**
PECHINEY
Immeuble "SIS"
217 ,cours Lafayette
69451 Lyon Cedex 06 (FR)

Remarques:

Une requête en rectification du 22.05.2000 concernant les pages 14,17, et 21 a été présentée conformément à la règle 88 CBE. Il est statué sur cette requête au cours de la procédure engagée devant la division d'examen (Directives relatives à l'examen pratiqué à l'OEB, A-V, 3.).

(54) **Procédé de fabrication de pièces de forme en alliage d' aluminium type 2024**

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10
b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500 °C pour une durée entre 3 et 6 h,
c) laminage à chaud avec une température d'entrée

comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,

- d) découpe des tôles,
e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que le roulage, l'étréage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage,
f) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
g) trempe;

la mise en forme pouvant intervenir avant ou après la mise en solution et la trempe.

L'invention s'applique notamment à la fabrication de panneaux de fuselage d'avions.

Description**Domaine technique de l'invention**

5 **[0001]** L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées, destinées à la construction mécanique et notamment à la construction aéronautique, mettant en oeuvre des tôles en alliage d'aluminium AlCuMg du type 2024 selon la nomenclature de l'Aluminum Association.

Etat de la technique

10

[0002] L'alliage 2024 est largement utilisé dans la construction aéronautique et sa composition enregistrée à l'Aluminum Association est la suivante (% en poids):

Si < 0,5 Fe < 0,5 Cu: 3,8 - 4,9 Mn: 0,3 - 0,9 Mg: 1,2 - 1,8 Zn < 0,25 Cr < 0,10 Ti < 0,15

15 Certaines pièces, réalisées notamment par étirage-formage (on utilise souvent le terme anglais " stretch-forming "), emboutissage, fluotournage, pliage ou roulage, nécessitent, en plus des propriétés habituellement requises pour la construction aéronautique, telles qu'une grande résistance mécanique, ténacité, résistance à la propagation de criques etc, des tôles présentant une bonne formabilité.

20 **[0003]** Le brevet EP 0473122 décrit un procédé de fabrication de tôles en alliage de composition (% en poids): Cu: 4 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,4 - 0,6 Fe < 0,12 Si < 0,05, comportant un recuit intermédiaire à une température > 488°C. Il enseigne que ces tôles présentent une ténacité et une résistance à la propagation de fissures améliorées par rapport au 2024 conventionnel.

[0004] La demande de brevet EP 0731185 décrit des tôles en alliage 2024 modifié, enregistré ultérieurement à l'Aluminum Association sous la désignation 2024A, présentant un niveau réduit de contraintes résiduelles et une ténacité améliorée pour les tôles fortes, et un allongement amélioré pour les tôles minces. Cette demande limite la teneur en Mn à 0,55% et celle en Fe à 0,25%, avec la relation: $0 < \text{Mn} - 2 \text{Fe} < 0,2$ (les teneurs Mn et Fe étant exprimées en %).

30 **[0005]** La demande de brevet WO 96/29440 décrit un procédé de fabrication d'un produit en alliage d'aluminium de type 2024, comportant un laminage à chaud, un recuit, un laminage à froid, une mise en solution, une trempe et une déformation à froid minimale, qui peut être une traction, un redressage ou un planage, procédé destiné à améliorer la formabilité. Ayant constaté que l'utilisation d'une base pure (très faible teneur en fer et silicium) et d'une teneur en manganèse inférieure à 0,5 % améliore la formabilité, la demande préconise une composition préférentielle de l'alliage: Cu : 4,0 - 4,4 , Mg : 1,25 - 1,5 , Mn : 0,35 - 0,5 , Si < 0,12 , Fe < 0,08 , Ti < 0,06. Le recuit intermédiaire entre laminage à chaud et laminage à froid est présenté comme favorable à la résistance mécanique et à la ténacité. Cette étape supplémentaire et inhabituelle du procédé comporte cependant des inconvénients économiques. Elle ne résout pas non plus le problème posé par le marché, à savoir de fournir des tôles ayant des caractéristiques telles que leur mise en forme soit simplifiée.

Problème posé

40 **[0006]** Pour diminuer le coût de fabrication, les constructeurs aéronautiques cherchent à minimiser le nombre des étapes de formage des tôles, et à utiliser des tôles pouvant être fabriquées de manière peu onéreuse à l'aide de gammes de transformation courtes, c'est-à-dire comprenant aussi peu d'étapes individuelles que possible. Pour les panneaux de fuselage, la pratique actuelle des constructeurs aéronautiques consiste à approvisionner des tôles laminées à chaud ou à froid selon l'épaisseur requise; à l'état brut de fabrication (état " F " selon la norme EN 515) ou à l'état recuit (état " O ") ou à l'état trempé mûri (état " T3 " ou " T4 "), à les soumettre à un traitement thermique de mise en solution suivi d'une trempe, puis à les mettre en forme et à les soumettre à un vieillissement naturel ou artificiel, de manière à obtenir les caractéristiques mécaniques requises.

45 D'une manière générale, après mise en solution et trempe, les tôles se trouvent dans un état caractérisé par une bonne formabilité, mais cet état est instable (état " W "), et la mise en forme doit intervenir sur trempe fraîche, c'est-à-dire à l'intérieur d'un bref délai après la trempe, de l'ordre de quelques dizaines de minutes à quelques heures. Si cela n'est pas possible pour des raisons de gestion de la production, la tôle doit être stockée dans une chambre froide à une température suffisamment basse et pour une durée suffisamment courte de façon à éviter la maturation naturelle. Pour des pièces volumineuses et fortement formées, ce traitement thermique de mise en solution nécessite des fours de grande dimension, ce qui rend l'opération incommode, y compris par rapport à la même opération effectuée sur tôle plane. Le besoin éventuel d'une chambre froide rajoute aux coûts et inconvénients de l'état de la technique. Pour des pièces fortement déformées, cette opération doit éventuellement être répétée, si le matériau ne présente pas, à l'état métallurgique dans lequel il se trouve, une formabilité suffisante permettant d'atteindre la forme voulue en une seule opération.

55 **[0007]** En partant de l'état F, la seule mise en forme possible est un roulage. La tôle roulée est alors mise en solution

Descriptif**Domaine technique de l'invention**

5 [0001] L'invention concerne un procédé de fabrication de pièces fortement déformées, destinées à la construction mécanique et notamment à la construction aéronautique, mettant en oeuvre des tôles en alliage d'aluminium AlCuMg du type 2024 selon la nomenclature de l'Aluminum Association.

Etat de la technique

10

[0002] L'alliage 2024 est largement utilisé dans la construction aéronautique et sa composition enregistrée à l'Aluminum Association est la suivante (% en poids):

Si < 0,5 Fe < 0,5 Cu: 3,8 - 4,9 Mn: 0,3 - 0,9 Mg: 1,2 - 1,8 Zn < 0,25 Cr < 0,10 Ti < 0,15

Certaines pièces, réalisées notamment par étirage-formage (on utilise souvent le terme anglais " stretch-forming "), emboutissage, fluotournage, pliage ou roulage, nécessitent, en plus des propriétés habituellement requises pour la construction aéronautique, telles qu'une grande résistance mécanique, ténacité, résistance à la propagation de criques etc, des tôles présentant une bonne formabilité.

15 [0003] Le brevet EP 0473122 décrit un procédé de fabrication de tôles en alliage de composition (% en poids): Cu: 4 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,4 - 0,6 Fe < 0,12 Si < 0,05, comportant un recuit intermédiaire à une température > 488°C. Il enseigne que ces tôles présentent une ténacité et une résistance à la propagation de fissures améliorées par rapport au 2024 conventionnel.

20 [0004] La demande de brevet EP 0731185 décrit des tôles en alliage 2024 modifié, enregistré ultérieurement à l'Aluminum Association sous la désignation 2024A, présentant un niveau réduit de contraintes résiduelles et une ténacité améliorée pour les tôles fortes, et un allongement amélioré pour les tôles minces. Cette demande limite la teneur en Mn à 0,55% et celle en Fe à 0,25%, avec la relation: $0 < \text{Mn} - 2 \text{Fe} < 0,2$ (les teneurs Mn et Fe étant exprimées en %).

25 [0005] La demande de brevet WO 96/29440 décrit un procédé de fabrication d'un produit en alliage d'aluminium de type 2024, comportant un laminage à chaud, un recuit, un laminage à froid, une mise en solution, une trempe et une déformation à froid minimale, qui peut être une traction, un redressage ou un planage, procédé destiné à améliorer la formabilité. Ayant constaté que l'utilisation d'une base pure (très faible teneur en fer et silicium) et d'une teneur en manganèse inférieure à 0,5 % améliore la formabilité, la demande préconise une composition préférentielle de l'alliage: Cu : 4,0 - 4,4 , Mg : 1,25 - 1,5 , Mn : 0,35 - 0,5 , Si < 0,12 , Fe < 0,08 , Ti < 0,06. Le recuit intermédiaire entre laminage à chaud et laminage à froid est présenté comme favorable à la résistance mécanique et à la ténacité. Cette étape supplémentaire et inhabituelle du procédé comporte cependant des inconvénients économiques. Elle ne résout pas non plus le problème posé par le marché, à savoir de fournir des tôles ayant des caractéristiques telles que leur mise en forme soit simplifiée.

Problème posé

40 [0006] Pour diminuer le coût de fabrication, les constructeurs aéronautiques cherchent à minimiser le nombre des étapes de formage des tôles, et à utiliser des tôles pouvant être fabriquées de manière peu onéreuse à l'aide de gammes de transformation courtes, c'est-à-dire comprenant aussi peu d'étapes individuelles que possible. Pour les panneaux de fuselage, la pratique actuelle des constructeurs aéronautiques consiste à approvisionner des tôles laminées à chaud ou à froid selon l'épaisseur requise, à l'état brut de fabrication (état " F " selon la norme EN 515) ou à l'état recuit (état " O ") ou à l'état trempé mûri (état " T3 " ou " T4 "), à les soumettre à un traitement thermique de mise en solution suivi d'une trempe, puis à les mettre en forme et à les soumettre à un vieillissement naturel ou artificiel, de manière à obtenir les caractéristiques mécaniques requises.

45 D'une manière générale, après mise en solution et trempe, les tôles se trouvent dans un état caractérisé par une bonne formabilité, mais cet état est instable (état " W "), et la mise en forme doit intervenir sur trempe fraîche, c'est-à-dire à l'intérieur d'un bref délai après la trempe, de l'ordre de quelques dizaines de minutes à quelques heures. Si cela n'est pas possible pour des raisons de gestion de la production, la tôle doit être stockée dans une chambre froide à une température suffisamment basse et pour une durée suffisamment courte de façon à éviter la maturation naturelle. Pour des pièces volumineuses et fortement formées, ce traitement thermique de mise en solution nécessite des fours de grande dimension, ce qui rend l'opération incommode, y compris par rapport à la même opération effectuée sur tôle plane. Le besoin éventuel d'une chambre froide rajoute aux coûts et inconvénients de l'état de la technique. Pour des pièces fortement déformées, cette opération doit éventuellement être répétée, si le matériau ne présente pas, à l'état métallurgique dans lequel il se trouve, une formabilité suffisante permettant d'atteindre la forme voulue en une seule opération.

55 [0007] En partant de l'état F, la seule mise en forme possible est un roulage. La tôle roulée est alors mise en solution

et trempée, et on procède à une deuxième mise en forme soit sur trempe fraîche, soit après stockage dans une chambre froide. Dans tous les autres cas, la tôle est directement mise en solution et trempée avant mise en forme. Lorsqu'on part d'une tôle à l'état O, on effectue une première opération de mise en forme à partir de cet état, et une deuxième mise en forme après mise en solution et trempe. Cette variante est utilisée lorsque la mise en forme visée est trop

importante pour pouvoir être effectuée en une seule opération à partir d'un état W, mais peut cependant être effectuée en deux passes à partir de l'état O. A cet état, la tôle est certes moins formable, mais l'état O est plus facile à utiliser que l'état W, qui est instable, et nécessite un traitement thermique supplémentaire. Toutefois, la fabrication de la tôle à l'état O fait intervenir un recuit final de la tôle brute de laminage, et donc une étape de fabrication supplémentaire, ce qui est contraire au but de simplification visé par la présente invention.

Dans certains cas, même en partant d'une tôle à l'état W, qui présente généralement la meilleure formabilité, on ne peut éviter de recourir à une deuxième étape de mise en forme après mise en solution et trempe; ceci constitue la troisième variante du procédé qui correspond à l'art antérieur.

[0008] Cette façon de travailler les tôles en alliage 2024 par mise en forme profonde et, le cas échéant, sur trempe fraîche, tend à se développer de plus en plus dans la mesure où on s'oriente vers des pièces individuelles de taille plus importante pour réduire le nombre d'assemblages, ce qui répond à des objectifs à la fois techniques (les assemblages sont des sites d'initiation de corrosion et de criques de fatigue) et économiques (l'opération d'assemblage représente une part importante du coût de fabrication d'un avion). Par ailleurs, l'utilisation de pièces de grande taille permet de réduire le poids de l'avion.

Dans tous les cas, au cours de la dernière transformation, les propriétés de tolérance aux dommages se dégradent sous l'effet de l'écrouissage associé à cette déformation.

[0009] Le but de l'invention est donc de simplifier le procédé de fabrication de pièces formées, et notamment de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, par l'association d'une composition chimique optimisée et de procédés de fabrication particuliers, permettant d'éviter autant que possible la mise en solution sur tôle formée.

Il va de soi que tout nouveau procédé de fabrication de pièces fortement déformées doit aboutir à des pièces ayant des caractéristiques mécaniques et d'emploi au moins aussi bonnes que les produits existants.

Un autre but de l'invention est d'obtenir des pièces dont les propriétés de tolérance aux dommages ne se dégradent pas après déformation.

Objet de l'invention

[0010] L'invention a pour objet un procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg de type 2024 comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8- 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05
- b) éventuellement homogénéisation de cette plaque à une température comprise entre 460 et 510°C, et de préférence entre 470 et 500°C pour une durée de 3 à 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C, pour obtenir une bande,
- d) éventuellement laminage à froid de la bande,
- e) éventuellement recuit de la bande,
- f) découpe de la bande en tôles,
- g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- h) trempe,
- i) mise en forme par étirage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).

[0011] De préférence l'alliage a une teneur en cuivre comprise entre 3,9 et 4,3% (et encore de préférence entre 3,9 et 4,2%), une teneur en magnésium entre 1,2 et 1,4% (et encore de préférence entre 1,25 et 1,35%), une teneur en manganèse entre 0,3 et 0,45% une teneur en fer < 0,10%, une teneur en silicium < 0,10% (et de préférence < 0,08%), une teneur en titane, chrome et zirconium < 0,07% (de préférence < 0,05%). Le procédé selon l'invention permet d'utiliser éventuellement des tôles plaquées, par exemple des tôles recouvertes d'un placage en alliage plus résistant à la corrosion, comme c'est le cas habituellement pour les tôles de revêtement de fuselage d'avion.

Description de l'invention

[0012] Une première caractéristique de l'invention consiste à utiliser un alliage modifié par rapport au 2024 tradition-

et trempée, et on procède à une deuxième mise en forme soit sur trempe fraîche, soit après stockage dans une chambre froide. Dans tous les autres cas, la tôle est directement mise en solution et trempée avant mise en forme. Lorsqu'on part d'une tôle à l'état O, on effectue une première opération de mise en forme à partir de cet état, et une deuxième mise en forme après mise en solution et trempe. Cette variante est utilisée lorsque la mise en forme visée est trop

importante pour pouvoir être effectuée en une seule opération à partir d'un état W, mais peut cependant être effectuée en deux passes à partir de l'état O. A cet état, la tôle est certes moins formable, mais l'état O est plus facile à utiliser que l'état W, qui est instable, et nécessite un traitement thermique supplémentaire. Toutefois, la fabrication de la tôle à l'état O fait intervenir un recuit final de la tôle brute de laminage, et donc une étape de fabrication supplémentaire, ce qui est contraire au but de simplification visé par la présente invention.

Dans certains cas, même en partant d'une tôle à l'état W, qui présente généralement la meilleure formabilité, on ne peut éviter de recourir à une deuxième étape de mise en forme après mise en solution et trempe; ceci constitue la troisième variante du procédé qui correspond à l'art antérieur.

[0008] Cette façon de travailler les tôles en alliage 2024 par mise en forme profonde et, le cas échéant, sur trempe fraîche, tend à se développer de plus en plus dans la mesure où on s'oriente vers des pièces individuelles de taille plus importante pour réduire le nombre d'assemblages, ce qui répond à des objectifs à la fois techniques (les assemblages sont des sites d'initiation de corrosion et de criques de fatigue) et économiques (l'opération d'assemblage représente une part importante du coût de fabrication d'un avion). Par ailleurs, l'utilisation de pièces de grande taille permet de réduire le poids de l'avion.

Dans tous les cas, au cours de la dernière transformation, les propriétés de tolérance aux dommages se dégradent sous l'effet de l'écrouissage associé à cette déformation.

[0009] Le but de l'invention est donc de simplifier le procédé de fabrication de pièces formées, et notamment de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étréage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, par l'association d'une composition chimique optimisée et de procédés de fabrication particuliers, permettant d'éviter autant que possible la mise en solution sur tôle formée.

Il va de soi que tout nouveau procédé de fabrication de pièces fortement déformées doit aboutir à des pièces ayant des caractéristiques mécaniques et d'emploi au moins aussi bonnes que les produits existants.

Un autre but de l'invention est d'obtenir des pièces dont les propriétés de tolérance aux dommages ne se dégradent pas après déformation.

Objet de l'invention

[0010] L'invention a pour objet un procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg de type 2024 comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8- 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05
- b) éventuellement homogénéisation de cette plaque à une température comprise entre 460 et 510°C, et de préférence entre 470 et 500°C pour une durée de 3 à 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C, pour obtenir une bande,
- d) éventuellement laminage à froid de la bande,
- e) éventuellement recuit de la bande,
- f) découpe de la bande en tôles,
- g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- h) trempe,
- i) mise en forme par étréage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).

[0011] De préférence l'alliage a une teneur en cuivre comprise entre 3,9 et 4,3% (et encore de préférence entre 3,9 et 4,2%), une teneur en magnésium entre 1,2 et 1,4% (et encore de préférence entre 1,25 et 1,35%), une teneur en manganèse entre 0,3 et 0,45% une teneur en fer < 0,10%, une teneur en silicium < 0,10% (et de préférence < 0,08%), une teneur en titane, chrome et zirconium < 0,07% (de préférence < 0,05%). Le procédé selon l'invention permet d'utiliser éventuellement des tôles plaquées, par exemple des tôles recouvertes d'un placage en alliage plus résistant à la corrosion, comme c'est le cas habituellement pour les tôles de revêtement de fuselage d'avion.

Description de l'invention

[0012] Une première caractéristique de l'invention consiste à utiliser un alliage modifié par rapport au 2024 tradition-

nel. La première modification consiste à réduire les teneurs en Si et Fe respectivement en dessous de 0,25 et 0,20%, et de préférence en dessous de 0,10%. D'autre part, la teneur en Mn est également réduite en dessous de 0,5% et de préférence en dessous de 0,45%. Enfin, la teneur en Cu est également légèrement réduite et maintenue en dessous de 4,5%, et de préférence en dessous de 4,3%, voire de 4,2%. La teneur en Mg est aussi un peu réduite, et maintenue

au dessous de 1,5%, de préférence entre 1,2 et 1,4%, voire entre 1,25 et 1,35%.
La demanderesse a observé que cette composition, suggérée par l'art antérieur, ne permet pas à elle seule d'atteindre la formabilité requise.

[0013] L'alliage est coulé en plaques, qui sont éventuellement homogénéisées à une température comprise entre 460 et 510°C (de préférence entre 470 et 500°C) pendant 2 à 12 h (de préférence 3 à 6 h). On procède éventuellement à un scalpage des plaques. Le laminage à chaud se fait avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C. La température de sortie des bandes se fait de préférence à une température plus élevée que la température habituelle, > 300°C, et préférentiellement > 310°C, notamment dans le cas où une partie de la mise en forme se fait avant mise en solution.

A la sortie du laminage à chaud les bandes sont bobinées. Elles présentent à ce stade un allongement de plus de 13,5%, et le plus souvent supérieur à 15% dans les sens L et TL. Elles peuvent éventuellement être laminées à froid si l'épaisseur requise n'est pas accessible par laminage à chaud. Les bandes sont ensuite découpées en tôles.

[0014] Une première variante de l'invention consiste à effectuer la mise en forme, par étirage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, directement sur cet état F sans recuit ni autre traitement préalable. La tôle partiellement mise en forme est ensuite mise en solution à une température comprise entre 480 et 500°C pendant une durée comprise entre 5 mn et 1 h, puis trempée, généralement à l'eau froide.

La mise en forme se fait en deux ou plusieurs passes. La pièce fraîchement trempée (moins d'une heure) peut subir immédiatement une nouvelle mise en forme, ou bien elle est transférée dans une chambre froide à une température inférieure à 10 °C et préférentiellement inférieure à 0 °C, et mise en forme à la sortie de la chambre froide. On peut utiliser des tôles plaquées sur une ou deux faces, ce qui est le cas le plus fréquent pour les panneaux de fuselage d'avion, plaquées d'un alliage de la série 1000, par exemple les alliages 1050, 1100, 1200, 1135, 1145, 1170, 1175, 1180, 1185, 1188, 1199, 1230, 1235, 1250, 1285, 1350 ou 1435.

[0015] Une deuxième variante consiste à effectuer la mise en forme sur des tôles ayant subi une mise en solution et une trempe. La mise en forme peut se faire à l'état T3 ou T4 (trempé et mûri avec ou sans écrouissage ultérieur) ou, pour les pièces plus déformées, sur l'état W, c'est-à-dire moins d'une heure après la trempe, ou sur une tôle stockée dans une chambre froide immédiatement après trempe.

Dans le cas où on utilise des tôles à l'état T3 ou T4, ces tôles présentent un compromis entre leur résistance mécanique et leur formabilité correspondant à au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieur à 20% et de préférence supérieur à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

b)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g % mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

d)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane A_{tp} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure

nel. La première modification consiste à réduire les teneurs en Si et Fe respectivement en dessous de 0,25 et 0,20%, et de préférence en dessous de 0,10%. D'autre part, la teneur en Mn est également réduite en dessous de 0,5% et de préférence en dessous de 0,45%. Enfin, la teneur en Cu est également légèrement réduite et maintenue en dessous de 4,5%, et de préférence en dessous de 4,3%, voire de 4,2%. La teneur en Mg est aussi un peu réduite, et maintenue

au dessous de 1,5%, de préférence entre 1,2 et 1,4%, voire entre 1,25 et 1,35%.
La demanderesse a observé que cette composition, suggérée par l'art antérieur, ne permet pas à elle seule d'atteindre la formabilité requise.

[0013] L'alliage est coulé en plaques, qui sont éventuellement homogénéisées à une température comprise entre 460 et 510°C (de préférence entre 470 et 500°C) pendant 2 à 12 h (de préférence 3 à 6 h). On procède éventuellement à un scalpage des plaques. Le laminage à chaud se fait avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence entre 440 et 460°C. La température de sortie des bandes se fait de préférence à une température plus élevée que la température habituelle, > 300°C, et préférentiellement > 310°C, notamment dans le cas où une partie de la mise en forme se fait avant mise en solution.

A la sortie du laminage à chaud les bandes sont bobinées. Elles présentent à ce stade un allongement de plus de 13,5%, et le plus souvent supérieur à 15% dans les sens L et TL. Elles peuvent éventuellement être laminées à froid si l'épaisseur requise n'est pas accessible par laminage à chaud. Les bandes sont ensuite découpées en tôles.

[0014] Une première variante de l'invention consiste à effectuer la mise en forme, par étirage-formage, emboutissage, fluotournage ou pliage, directement sur cet état F sans recuit ni autre traitement préalable. La tôle partiellement mise en forme est ensuite mise en solution à une température comprise entre 480 et 500°C pendant une durée comprise entre 5 mn et 1 h, puis trempée, généralement à l'eau froide.

La mise en forme se fait en deux ou plusieurs passes. La pièce fraîchement trempée (moins d'une heure) peut subir immédiatement une nouvelle mise en forme, ou bien elle est transférée dans une chambre froide à une température inférieure à 10 °C et préférentiellement inférieure à 0 °C, et mise en forme à la sortie de la chambre froide. On peut utiliser des tôles plaquées sur une ou deux faces, ce qui est le cas le plus fréquent pour les panneaux de fuselage d'avion, plaquées d'un alliage de la série 1000, par exemple les alliages 1050, 1100, 1200, 1135, 1145, 1170, 1175, 1180, 1185, 1188, 1199, 1230, 1235, 1250, 1285, 1350 ou 1435.

[0015] Une deuxième variante consiste à effectuer la mise en forme sur des tôles ayant subi une mise en solution et une trempe. La mise en forme peut se faire à l'état T3 ou T4 (trempé et mûri avec ou sans écrouissage ultérieur) ou, pour les pièces plus déformées, sur l'état W, c'est-à-dire moins d'une heure après la trempe, ou sur une tôle stockée dans une chambre froide immédiatement après trempe.

Dans le cas où on utilise des tôles à l'état T3 ou T4, ces tôles présentent un compromis entre leur résistance mécanique et leur formabilité correspondant à au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieur à 20% et de préférence supérieur à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

b)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g % mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%.

d)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane A_{tp} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure

- à 18 %,
 - une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

[0016] Ces tôles à l'état T3 ou T4 présentent une formabilité caractérisée par l'une au moins des trois propriétés suivantes:

- (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
- (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,18$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur entre 1,4 mm et 2 mm,
- (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,35$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur entre 5,5 mm et 8 mm.

[0017] Elles présentent par ailleurs des propriétés améliorées de tolérance aux dommages caractérisées par l'une au moins des propriétés suivantes :

- (a) $K_c (L-T) > 120 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (b) $K_{c0} (L-T) > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (c) $K_c (T-L) > 125 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (d) $K_{c0} (T-L) > 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

[0018] Les pièces réalisées avec des tôles aussi bien à l'état T3 ou T4 qu'à l'état W ne montrent que très peu de détérioration de la tolérance aux dommages après la dernière opération de mise en forme, si son amplitude est inférieure à 6%.

Les différents paramètres utilisés ci-dessus, ainsi que dans les exemples qui suivent, pour caractériser la formabilité, terme générique indiquant la facilité relative d'un métal à se déformer, sont définis de la manière suivante:

A partir d'un essai de traction uniaxiale selon la norme EN 10002-1, effectué pour une épaisseur de tôle supérieure ou égale à 3 mm avec une éprouvette proportionnelle ayant une longueur initiale entre repères L_0 proportionnelle à l'aire de la section initiale S_0 selon la relation $L_0 = 5,65\sqrt{S_0}$, et pour une épaisseur de tôle inférieure à 3 mm avec une éprouvette non-proportionnelle de type 1 selon EN 10002-1, Tableau 4, on obtient les paramètres suivants:

- $R_{p0,2}$: limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement permanent (en MPa);
- R_m : résistance à la rupture (en MPa) ;
- A: allongement après rupture (en %), représenté parfois par le symbole " A% ";
- A_g : allongement non proportionnel sous charge maximale, appelé également allongement réparti (en %).

Pour chaque tôle, trois prélèvements différents sont généralement effectués: dans le sens du laminage (sens L), dans le sens travers-long (TL), et à 45° entre les sens L et TL.

Toutes les valeurs issues d'un essai de traction uniaxiale sont des valeurs moyennes obtenues à partir de deux éprouvettes prélevées au même endroit.

[0019] L'allongement réparti est la différence d'allongement entre le début et la fin du domaine de déformation plastique, c'est-à-dire du domaine de déformation permanente avant striction, de la courbe de déformation.

[0020] L'allongement à traction plane A_p correspond à l'allongement à la rupture dans un essai de traction dit de traction plane, dans lequel, contrairement à l'essai de traction uniaxiale, on s'arrange pour avoir une déformation à deux dimensions, donc dans un plan, et non à trois dimensions, c'est-à-dire que $\epsilon_2 = 0$ au lieu de $\epsilon_2 = -\epsilon_1/2$.

[0021] Le paramètre LDH (limit dome height) est largement utilisé pour l'évaluation de l'emboutissabilité des tôles d'épaisseur 0,5 à 2 mm. Il a fait l'objet de nombreuses publications, notamment:

- R. Thompson, "The LDH test to evaluate sheet metal formability - Final report of the LDH committee of the North American Deep Drawing Research Group", SAE conference, Detroit, 1993, SAE paper no. 930815;
- R. A. Ayres, W.G. Brazier and V.F. Sajewski, "Evaluating the GMR limiting dome height test as a new measure of press formability near plane strain", J. Appl. Metalworking, 1979, vol. 1, pp. 41-49 ;
- J. M. Story, "Comparison of Correlations between Press performance and Dome tests results using two dome test procedures", J. Appl. Metalworking, 1984, vol. 3, pp. 292-300.

L'essai LDH est un essai d'emboutissage à flan bloqué en périphérie par un jonc. La pression de serre-flan assurant

- à 18 %,
 - une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

[0016] Ces tôles à l'état T3 ou T4 présentent une formabilité caractérisée par l'une au moins des trois propriétés suivantes:

- (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
- (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\varepsilon_1 > 0,18$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur entre 1,4 mm et 2 mm,
- (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\varepsilon_1 > 0,35$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur entre 5,5 mm et 8 mm.

[0017] Elles présentent par ailleurs des propriétés améliorées de tolérance aux dommages caractérisées par l'une au moins des propriétés suivantes :

- (a) $K_c (L-T) > 120 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (b) $K_{c0} (L-T) > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (c) $K_c (T-L) > 125 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (d) $K_{c0} (T-L) > 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

[0018] Les pièces réalisées avec des tôles aussi bien à l'état T3 ou T4 qu'à l'état W ne montrent que très peu de détérioration de la tolérance aux dommages après la dernière opération de mise en forme, si son amplitude est inférieure à 6%.

Les différents paramètres utilisés ci-dessus, ainsi que dans les exemples qui suivent, pour caractériser la formabilité, terme générique indiquant la facilité relative d'un métal à se déformer, sont définis de la manière suivante:

A partir d'un essai de traction uniaxiale selon la norme EN 10002-1, effectué pour une épaisseur de tôle supérieure ou égale à 3 mm avec une éprouvette proportionnelle ayant une longueur initiale entre repères L_0 proportionnelle à l'aire de la section initiale S_0 selon la relation $L_0 = 5,65\sqrt{S_0}$, et pour une épaisseur de tôle inférieure à 3 mm avec une éprouvette non-proportionnelle de type 1 selon EN 10002-1, Tableau 4, on obtient les paramètres suivants:

- $R_{p0,2}$: limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement permanent (en MPa);
- R_m : résistance à la rupture (en MPa) ;
- A: allongement après rupture (en %), représenté parfois par le symbole " A% ";
- A_g : allongement non proportionnel sous charge maximale, appelé également allongement réparti (en %).

Pour chaque tôle, trois prélèvements différents sont généralement effectués: dans le sens du laminage (sens L), dans le sens travers-long (TL), et à 45° entre les sens L et TL.

Toutes les valeurs issues d'un essai de traction uniaxiale sont des valeurs moyennes obtenues à partir de deux éprouvettes prélevées au même endroit.

[0019] L'allongement réparti est la différence d'allongement entre le début et la fin du domaine de déformation plastique, c'est-à-dire du domaine de déformation permanente avant striction, de la courbe de déformation.

[0020] L'allongement à traction plane A_p correspond à l'allongement à la rupture dans un essai de traction dit de traction plane, dans lequel, contrairement à l'essai de traction uniaxiale, on s'arrange pour avoir une déformation à deux dimensions, donc dans un plan, et non à trois dimensions, c'est-à-dire que $\varepsilon_2 = 0$ au lieu de $\varepsilon_2 = -\varepsilon_1/2$.

[0021] Le paramètre LDH (limit dome height) est largement utilisé pour l'évaluation de l'emboutissabilité des tôles d'épaisseur 0,5 à 2 mm. Il a fait l'objet de nombreuses publications, notamment:

- R. Thompson, "The LDH test to evaluate sheet metal formability - Final report of the LDH committee of the North American Deep Drawing Research Group", SAE conference, Detroit, 1993, SAE paper no. 930815;
- R. A. Ayres, W.G. Brazier and V.F. Sajewski, "Evaluating the GMR limiting dome height test as a new measure of press formability near plane strain", J. Appl. Metalworking, 1979, vol. 1, pp. 41-49 ;
- J. M. Story, "Comparison of Correlations between Press performance and Dome tests results using two dome test procedures", J. Appl. Metalworking, 1984, vol. 3, pp. 292-300.

L'essai LDH est un essai d'emboutissage à flan bloqué en périphérie par un jonc. La pression de serre-flan assurant

EP 1 045 043 A1

ce blocage est 240 MPa. Ce flan, de taille 500 x 500 mm, est sollicité en bi-expansion équiaxe. La lubrification entre le poinçon et la tôle est assurée par un film plastique et de la graisse. La valeur LDH est le déplacement du poinçon à rupture, soit la profondeur limite de l'emboutissage. On établit la moyenne entre trois essais.

La même méthode peut être utilisée pour caractériser la formabilité des tôles de plus forte épaisseur (de 3 à 9 mm), mais il faut alors utiliser un outillage de plus grande taille (poinçon $\varnothing = 250$ mm).

[0022] Le retour élastique R_e est déterminé par un essai de pliage sous tension qui permet de comparer le retour élastique de différentes nuances (tôles d'égale épaisseur) pour une déformation donnée.

Une éprouvette plate de longueur $L = 250$ mm, largeur $\lambda = 12$ mm et épaisseur $0,1 \text{ mm} < e < 5 \text{ mm}$ est insérée entre deux mors de serrage autobloquants et maintenue sous traction grâce à un vérin hydraulique, solidaire du mécanisme d'essai. L'effort de traction, préalablement défini, est maintenu constant tout au long du pliage, grâce à la régulation hydraulique par servovalve du vérin de traction. La boucle de régulation intègre l'effort de tension par mesure avec un capteur piézo-électrique (rondelle Kistler). L'effort de tension dépend de l'alliage et de l'épaisseur de l'éprouvette.

Un capteur de déplacement, relié à l'ordinateur d'acquisition, permet le contrôle en continu des paramètres de l'essai et calcule l'angle de pliage de l'éprouvette. Un poinçon de forme, solidaire du bâti supérieur de la machine de traction, sert d'appui à l'éprouvette. L'angle de pliage utilisé lors des essais était de 140° , pour un poinçon de rayon $r = 70$ mm. Chaque échantillon plié est contrôlé après démontage à l'aide d'un profilomètre à palpeur. Ce dispositif de mesure permet d'évaluer l'angle final ainsi que le rayon de courbure obtenu.

La traction appliquée sur l'éprouvette, correspondant à la déformation plastique souhaitée, est déterminée à l'aide de la courbe rationnelle de traction en relevant graphiquement la contrainte équivalente au taux de déformation visé. Le taux de déformation initial, définissant l'effort de pliage, était maintenu constant lors de l'essai à 0,2 %.

Le retour élastique est donné par la formule :

$$R_e = \frac{\alpha_f \alpha_o}{180 - \alpha_o}$$

avec

α_f = angle mesuré par le profilomètre (en $^\circ$)

α_o = angle mesuré lors du pliage par le PC (en $^\circ$)

R_e = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

Le calcul par mesure du rayon de courbure donne des valeurs moins dispersées et s'effectue de la manière ci-après :

$$R_e' = 1 - \frac{R_o}{R_f}$$

avec

R_o = rayon poinçon

R_f = rayon mesuré au profilomètre

R_e' = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

En pratique, afin de faciliter le déroulement et la fiabilisation des opérations de mise en forme, on recherche un retour élastique R_e aussi faible que possible, et idéalement égal à zéro.

[0023] Les courbes limites de formage sont déterminées selon la norme ISO 12004 (1987). Des formats rectangulaires de dimension 500 x L (L égal à 300 mm ou 500 mm), sont emboutis selon l'essai LDH après avoir été préalablement imprimés d'une grille (maille 2 x 2 mm²). L'essai avec L = 500 mm conduit après emboutissage à : $\varepsilon_1 \approx \varepsilon_2$ (déformation bi-axiale); l'essai avec L = 300 mm conduit après emboutissage à $\varepsilon_2 \approx 0$ (déformation plane).

Après rupture, les formats sont analysés à l'aide du système automatique CamSys au voisinage de la zone de fissuration. Le logiciel Asame-CamSys, permet d'établir une cartographie des déformations des zones mesurées comme décrit par J. H. Vogel and D. Lee, "The automated measurement of strains from three dimensional deformed surfaces", J. O. M., vol. 42, 1990, pp. 8-13. Les déformations limites avant striction localisée sont ainsi estimées et portées sur un diagramme de formage avec les coordonnées ε_1 et ε_2 .

[0024] La tolérance aux dommages est caractérisée selon la norme ASTM E561 (essai de courbe R). L'essai a été réalisé sur des éprouvettes à fissure centrale de largeur $W = 400$ mm pour une longueur de fissure $2a_0 = 133$ mm. On mesure à la fois le facteur critique d'intensité de contrainte en contrainte plane K_{Ic} et le facteur d'intensité de contrainte

EP 1 045 043 A1

ce blocage est 240 MPa. Ce flan, de taille 500 x 500 mm, est sollicité en bi-expansion équiaxe. La lubrification entre le poinçon et la tôle est assurée par un film plastique et de la graisse. La valeur LDH est le déplacement du poinçon à rupture, soit la profondeur limite de l'emboutissage. On établit la moyenne entre trois essais.

La même méthode peut être utilisée pour caractériser la formabilité des tôles de plus forte épaisseur (de 3 à 9 mm), mais il faut alors utiliser un outillage de plus grande taille (poinçon $\varnothing = 250$ mm).

[0022] Le retour élastique R_e est déterminé par un essai de pliage sous tension qui permet de comparer le retour élastique de différentes nuances (tôles d'égale épaisseur) pour une déformation donnée.

Une éprouvette plate de longueur $L = 250$ mm, largeur $\lambda = 12$ mm et épaisseur $0,1 \text{ mm} < e < 5 \text{ mm}$ est insérée entre deux mors de serrage autobloquants et maintenue sous traction grâce à un vérin hydraulique, solidaire du mécanisme d'essai. L'effort de traction, préalablement défini, est maintenu constant tout au long du pliage, grâce à la régulation hydraulique par servovalve du vérin de traction. La boucle de régulation intègre l'effort de tension par mesure avec un capteur piézo-électrique (rondelle Kistler). L'effort de tension dépend de l'alliage et de l'épaisseur de l'éprouvette.

Un capteur de déplacement, relié à l'ordinateur d'acquisition, permet le contrôle en continu des paramètres de l'essai et calcule l'angle de pliage de l'éprouvette. Un poinçon de forme, solidaire du bâti supérieur de la machine de traction, sert d'appui à l'éprouvette. L'angle de pliage utilisé lors des essais était de 140° , pour un poinçon de rayon $r = 70$ mm. Chaque échantillon plié est contrôlé après démontage à l'aide d'un profilomètre à palpeur. Ce dispositif de mesure permet d'évaluer l'angle final ainsi que le rayon de courbure obtenu.

La traction appliquée sur l'éprouvette, correspondant à la déformation plastique souhaitée, est déterminée à l'aide de la courbe rationnelle de traction en relevant graphiquement la contrainte équivalente au taux de déformation visé. Le taux de déformation initial, définissant l'effort de pliage, était maintenu constant lors de l'essai à 0,2 %.

Le retour élastique est donné par la formule :

$$R_e = \frac{\alpha_f - \alpha_o}{180 - \alpha_o}$$

avec

α_f = angle mesuré par le profilomètre (en $^\circ$)

α_o = angle mesuré lors du pliage par le PC (en $^\circ$)

R_e = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

Le calcul par mesure du rayon de courbure donne des valeurs moins dispersées et s'effectue de la manière ci-après :

$$R_e = 1 - \frac{R_o}{R_f}$$

avec

R_o = rayon poinçon

R_f = rayon mesuré au profilomètre

R_e = retour élastique (vaut 0 pour un retour nul et 1 pour un retour total).

En pratique, afin de faciliter le déroulement et la fiabilisation des opérations de mise en forme, on recherche un retour élastique R_e aussi faible que possible, et idéalement égal à zéro.

[0023] Les courbes limites de formage sont déterminées selon la norme ISO 12004 (1987). Des formats rectangulaires de dimension 500 x L (L égal à 300 mm ou 500 mm), sont emboutis selon l'essai LDH après avoir été préalablement imprimés d'une grille (maille 2 x 2 mm²). L'essai avec L = 500 mm conduit après emboutissage à : $\varepsilon_1 \approx \varepsilon_2$ (déformation bi-axiale); l'essai avec L = 300 mm conduit après emboutissage à $\varepsilon_2 \approx 0$ (déformation plane).

Après rupture, les formats sont analysés à l'aide du système automatique CamSys au voisinage de la zone de fissuration. Le logiciel Asame-CamSys, permet d'établir une cartographie des déformations des zones mesurées comme décrit par J. H. Vogel and D. Lee, "The automated measurement of strains from three dimensional deformed surfaces", J. O. M., vol. 42, 1990, pp. 8-13. Les déformations limites avant striction localisée sont ainsi estimées et portées sur un diagramme de formage avec les coordonnées ε_1 et ε_2 .

[0024] La tolérance aux dommages est caractérisée selon la norme ASTM E561 (essai de courbe R). L'essai a été réalisé sur des éprouvettes à fissure centrale de largeur $W = 400$ mm pour une longueur de fissure $2a_0 = 133$ mm. On mesure à la fois le facteur critique d'intensité de contrainte en contrainte plane K_{Ic} et le facteur d'intensité de contrainte

apparent K_{CO} (désigné parfois également par le sigle K_{app}).

Exemples

Exemple 1

[0025] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 1. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles ont été caractérisées à l'épaisseur finale ; les résultats sont rassemblés dans le tableau 2.

Les exemples 1a, 1b, 1k, 1L, 1m, 1n, 1p et 1q correspondent à la présente invention. Les exemples 1c, 1d, 1e, 1f, 1g, 1h, 1i et 1j correspondent à l'art antérieur.

Tableau 1

Exemple	Cu (%)	Mg (%)	Mn (%)	Fe (%)	Si (%)	Selon
1a	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	Invention
1b	4,03	1,28	0,41	0,07	0,04	Invention
1c	4,24	1,36	0,51	0,17	0,09	Art ant.
1d	4,29	1,40	0,46	0,20	0,11	Art ant.
1e	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Art ant.
1f	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1g	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1h	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1i	4,32	1,43	0,48	0,18	0,10	Art ant.
1j	4,20	1,38	0,50	0,17	0,07	Art ant.
1k	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Invention
1l	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Invention
1m	4,18	1,46	0,47	0,18	0,09	Invention
1n	4,18	1,46	0,47	0,18	0,09	Invention
1p	3,99	1,31	0,40	0,08	0,03	Invention
1q	3,99	1,31	0,40	0,08	0,03	Invention

apparent K_{c0} (désigné parfois également par le sigle K_{app}).

Exemples

Exemple 1

[0025] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 1. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles ont été caractérisées à l'épaisseur finale ; les résultats sont rassemblés dans le tableau 2.

Les exemples 1a, 1b, 1k, 1L, 1m, 1n, 1p et 1q correspondent à la présente invention. Les exemples 1c, 1d, 1e, 1f, 1g, 1h, 1i et 1j correspondent à l'art antérieur.

Tableau 1

Exemple	Cu (%)	Mg (%)	Mn (%)	Fe (%)	Si (%)	Selon
1a	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	Invention
1b	4,03	1,28	0,41	0,07	0,04	Invention
1c	4,24	1,36	0,51	0,17	0,09	Art ant.
1d	4,29	1,40	0,46	0,20	0,11	Art ant.
1e	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Art ant.
1f	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1g	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1h	4,25	1,44	0,47	0,18	0,08	Art ant.
1i	4,32	1,43	0,48	0,18	0,10	Art ant.
1j	4,20	1,38	0,50	0,17	0,07	Art ant.
1k	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Invention
1l	4,17	1,41	0,49	0,18	0,11	Invention
1m	4,18	1,46	0,47	0,18	0,09	Invention
1n	4,18	1,46	0,47	0,18	0,09	Invention
1p	3,99	1,31	0,40	0,08	0,03	Invention
1q	3,99	1,31	0,40	0,08	0,03	Invention

Tableau 2

Exemple	ép. finale [mm]	T sortie [°C]	R _m (L) [MPa]	R _{p0,2} (L) [MPa]	A% (L) [%]	R _m (TL) [MPa]	R _{p0,2} (TL) [MPa]	A% (TL) [%]	Courbe limite de formage				LDH [mm]
									L=500 mm		L=300 mm		
									ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂	
1a (inv)	1,6 *	307	262	236	5,3	272	244	5,8	0,23	0,21	0,12	0,05	48,7
1b (inv)	6,3	286	213	153	14,5	217	164	13,7	0,46	0,37	0,34	0,21	82,2
1c	1,6 *	302	260	240	5,1	274	248	4,3	0,13	0,12	0,12	0,07	36,0
1d	6,0	261	232	166	12,1	232	177	11,6	0,29	0,25	0,27	0,08	68,6
1e	8,0	266	249	198	10,9	253	216	9,1					
1f	6,0	270	237	183	11,7	238	199	10,4					
1g	6,0	275	241	187	10,7	239	201	9,9					
1h	6,0	298	220	163	12,5	218	178	11,6					
1i	4,0	296	226	175	11,9	226	192	10,6					
1j	9,4	276	224	172	12,0	224	186	10,5					
1k (inv)	5,0	335	201	146	16,4	201	157	16,1					
1L (inv)	5,0	332	201	146	16,7	201	158	15,8					
1m (inv)	5,0	315	209	158	15,1	210	173	14,3					
1n (inv)	5,0	331	199	145	15,5	200	159	15,7					
1p (inv)	6,0	333	192	136	16,3	190	147	16,9					
1q (inv)	6,0	335	191	137	17,3	191	149	16,8					

(*) obtenue par laminage à froid, épaisseur de fin de laminage à chaud : 4,0 mm (ex 1a) ou 4,1 mm (ex 1c).

Tableau 2

Exemple	ép. finale [mm]	T sortie [°C]	R _m (L) [MPa]	R _{p0,2} (L) [MPa]	A% (L) [%]	R _m (TL) [MPa]	R _{p0,2} (TL) [MPa]	A% (TL) [%]	Courbe limite de formage				LDH [mm]
									L=500 mm		L=300 mm		
									ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂	
1a (inv)	1,6 *	307	262	236	5,3	272	244	5,8	0,23	0,21	0,12	0,05	48,7
1b (inv)	6,3	286	213	153	14,5	217	164	13,7	0,46	0,37	0,34	0,21	82,2
1c	1,6 *	302	260	240	5,1	274	248	4,3	0,13	0,12	0,12	0,07	36,0
1d	6,0	261	232	166	12,1	232	177	11,6	0,29	0,25	0,27	0,08	68,6
1e	8,0	266	249	198	10,9	253	216	9,1					
1f	6,0	270	237	183	11,7	238	199	10,4					
1g	6,0	275	241	187	10,7	239	201	9,9					
1h	6,0	298	220	163	12,5	218	178	11,6					
1i	4,0	296	226	175	11,9	226	192	10,6					
1j	9,4	276	224	172	12,0	224	186	10,5					
1k (inv)	5,0	335	201	146	16,4	201	157	16,1					
1L (inv)	5,0	332	201	146	16,7	201	158	15,8					
1m (inv)	5,0	315	209	158	15,1	210	173	14,3					
1n (inv)	5,0	331	199	145	15,5	200	159	15,7					
1p (inv)	6,0	333	192	136	16,3	190	147	16,9					
1q (inv)	6,0	335	191	137	17,3	191	149	16,8					

(*) obtenue par laminage à froid, épaisseur de fin de laminage à chaud : 4,0 mm (ex 1a) ou 4,1 mm (ex 1c).

[0026] On constate que le choix judicieux de la composition chimique, suggéré par WO 96/29440, ne suffit pas à lui seul à améliorer la formabilité d'une façon conforme à l'objectif de la présente invention. En revanche, la demanderesse a observé que le choix d'une température de sortie du laminage à chaud élevée conduit à une amélioration de la formabilité, exprimée par l'allongement à rupture A. l'effet de la composition chimique (notamment $\text{Cu} < 4,3$ et préférentiellement $< 4,2$; $\text{Si} < 0,10$; $\text{Fe} < 0,10$) n'étant qu'auxiliaire.

[0027] On voit que le procédé selon l'invention assure une meilleure aptitude à la mise en forme à l'état F, exprimée en termes de A%, de LDH ou de CLF, que le procédé selon l'art antérieur. Plus particulièrement, une bande laminée à froid selon l'invention a une valeur de LDH supérieure à 42 mm et préférentiellement supérieure à 44 mm, tandis qu'une bande laminée à chaud a une valeur de LDH supérieure à 73 et préférentiellement supérieure à 75 mm. On voit également que pour une épaisseur donnée, la composition préférentielle donne une meilleure formabilité que la composition traditionnelle.

[0028] Les caractéristiques mécaniques du produit intermédiaire (R_m , $R_{p0,2}$ etc.) n'ont pas d'importance dans cette situation, à condition que le produit fini à l'issue de l'ensemble du procédé possède des caractéristiques mécaniques au moins aussi élevées que le produit issu du procédé selon l'art antérieur. A l'état T42, tel que défini par le projet de norme prEN 4211 de juillet 1995, pour une épaisseur de 6 mm et avec une gamme de fabrication identique, les deux produits ont des propriétés mécaniques équivalentes.

Pour le procédé selon l'invention, on note également un effet cumulé de la température de sortie du laminage à chaud (ex. 1^o et 1j comparés à 1k et 1n) et de la composition chimique (ex 1p et 1q comparés à 1k et 1n).

[0029] La valeur de la LDH et le niveau des courbes CLF sont plus faibles pour une tôle écrouie à froid que pour une tôle qui n'a subi qu'un laminage à chaud ; cet effet est connu. En revanche, la demanderesse a eu la surprise de constater que pour un procédé donné (laminage à chaud ou laminage à chaud suivi d'un laminage à froid) et à épaisseur comparable, la valeur de LDH, qui est un des paramètres pertinents pour mesurer la formabilité, augmente significativement lorsque la composition chimique se situe à l'intérieur d'un domaine préférentiel : $\text{Cu} 3,9 - 4,3$ et préférentiellement $3,9 - 4,2$, $\text{Mg} 1,2 - 1,4$ et préférentiellement $1,25 - 1,35$, $\text{Mn} 0,30 - 0,45$, $\text{Si} < 0,10$ et préférentiellement $< 0,08$, $\text{Fe} < 0,10$. Par ailleurs, la demanderesse a trouvé que la formabilité est encore améliorée lorsque certains éléments d'addition et d'impuretés sont strictement contrôlés, de la façon suivante: $\text{Zn} < 0,20\%$, $\text{Cr} < 0,07\%$ et de préférence $< 0,05\%$, $\text{Zr} < 0,07\%$ et de préférence $< 0,05\%$, $\text{Ti} 0,07\%$ et de préférence $< 0,05\%$.

Exemple 2

[0030] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 3. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 470 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud (procédé abrégé " LâC ") jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Après découpe des bandes en tôles, celles-ci ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées et caractérisées 30 minutes après la trempe. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 4. Afin de pouvoir comparer de façon rigoureuse les échantillons, la mise en solution et la trempe ont été effectuées sur des éprouvettes usinées prêtes à l'emploi, et pour chaque caractérisation des propriétés mécaniques, la déformation a débuté exactement 30 minutes après la fin de la trempe. Les exemples 2a, 2b, 2e, 2j, 2k, 2n correspondent à la présente invention. Les exemples 2h, 2L, 2m, 2p correspondent à l'art antérieur.

[0031] On voit que le procédé selon l'invention conduit, à épaisseur comparable, à une meilleure formabilité à l'état W, telle qu'elle ressort des propriétés suivantes: allongement total A%, allongement réparti A_g , allongement en traction plane A_{tp} , LDH, CLF. En ce qui concerne la courbe limite de formage, on constate que, dans le cas de l'invention, pour une tôle d'épaisseur 5 mm (ex. 2n), on a, contrairement à une tôle selon l'art antérieur pratiquement de la même épaisseur (ex. 2p) un coefficient $\epsilon_1 > 0,18$ pour $L = 500$ mm, et $\epsilon_2 > 0,22$ pour $L = 500$ mm.

[0032] L'avantage du procédé selon l'invention par rapport à l'art antérieur est donc de pouvoir effectuer des mises en forme plus profondes à l'état W, voire d'éliminer une mise en solution intermédiaire pour les mises en forme très profondes.

Il a été ainsi possible de fabriquer des pièces en une seule passe, alors que selon l'art antérieur, deux passes étaient nécessaires pour les réaliser.

[0026] On constate que le choix judicieux de la composition chimique, suggéré par WO 96/29440, ne suffit pas à lui seul à améliorer la formabilité d'une façon conforme à l'objectif de la présente invention. En revanche, la demanderesse a observé que le choix d'une température de sortie du laminoir à chaud élevée conduit à une amélioration de la formabilité, exprimée par l'allongement à rupture A. l'effet de la composition chimique (notamment Cu < 4,3 et préférentiellement < 4,2 ; Si < 0,10 ; Fe < 0,10) n'étant qu'auxiliaire.

[0027] On voit que le procédé selon l'invention assure une meilleure aptitude à la mise en forme à l'état F, exprimée en termes de A%, de LDH ou de CLF, que le procédé selon l'art antérieur. Plus particulièrement, une bande laminée à froid selon l'invention a une valeur de LDH supérieure à 42 mm et préférentiellement supérieure à 44 mm, tandis qu'une bande laminée à chaud a une valeur de LDH supérieure à 73 et préférentiellement supérieure à 75 mm. On voit également que pour une épaisseur donnée, la composition préférentielle donne une meilleure formabilité que la composition traditionnelle.

[0028] Les caractéristiques mécaniques du produit intermédiaire (R_m , $R_{p0,2}$ etc.) n'ont pas d'importance dans cette situation, à condition que le produit fini à l'issue de l'ensemble du procédé possède des caractéristiques mécaniques au moins aussi élevées que le produit issu du procédé selon l'art antérieur. A l'état T42, tel que défini par le projet de norme prEN 4211 de juillet 1995, pour une épaisseur de 6 mm et avec une gamme de fabrication identique, les deux produits ont des propriétés mécaniques équivalentes.

Pour le procédé selon l'invention, on note également un effet cumulé de la température de sortie du laminoir à chaud (ex. 1^e et 1j comparés à 1k et 1n) et de la composition chimique (ex 1p et 1q comparés à 1k et 1n).

[0029] La valeur de la LDH et le niveau des courbes CLF sont plus faibles pour une tôle écrouie à froid que pour une tôle qui n'a subi qu'un laminage à chaud ; cet effet est connu. En revanche, la demanderesse a eu la surprise de constater que pour un procédé donné (laminage à chaud ou laminage à chaud suivi d'un laminage à froid) et à épaisseur comparable, la valeur de LDH, qui est un des paramètres pertinents pour mesurer la formabilité, augmente significativement lorsque la composition chimique se situe à l'intérieur d'un domaine préférentiel : Cu 3,9 - 4,3 et préférentiellement 3,9 - 4,2, Mg 1,2 - 1,4 et préférentiellement 1,25 - 1,35, Mn 0,30 - 0,45, Si < 0,10 et préférentiellement < 0,08, Fe < 0,10. Par ailleurs, la demanderesse a trouvé que la formabilité est encore améliorée lorsque certains éléments d'addition et d'impuretés sont strictement contrôlés, de la façon suivante: Zn < 0,20% , Cr < 0,07% et de préférence < 0,05% , Zr < 0,07% et de préférence < 0,05 % , Ti 0,07 % et de préférence < 0,05%.

Exemple 2

[0030] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 3. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 470 °C et 510 °C pendant 2 h à 12 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud (procédé abrégé " LâC ") jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Après découpe des bandes en tôles, celles-ci ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées et caractérisées 30 minutes après la trempe. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 4. Afin de pouvoir comparer de façon rigoureuse les échantillons, la mise en solution et la trempe ont été effectuées sur des éprouvettes usinées prêtes à l'emploi, et pour chaque caractérisation des propriétés mécaniques, la déformation a débuté exactement 30 minutes après la fin de la trempe. Les exemples 2a, 2b, 2e, 2j, 2k, 2n correspondent à la présente invention. Les exemples 2h, 2L, 2m, 2p correspondent à l'art antérieur.

[0031] On voit que le procédé selon l'invention conduit, à épaisseur comparable, à une meilleure formabilité à l'état W, telle qu'elle ressort des propriétés suivantes: allongement total A%, allongement réparti A_g , allongement en traction plane A_{tp} , LDH, CLF. En ce qui concerne la courbe limite de formage, on constate que, dans le cas de l'invention, pour une tôle d'épaisseur 5 mm (ex. 2n), on a, contrairement à une tôle selon l'art antérieur pratiquement de la même épaisseur (ex. 2p) un coefficient $\epsilon_1 > 0,18$ pour L = 500 mm, et $\epsilon_2 > 0,22$ pour L = 500 mm.

[0032] L'avantage du procédé selon l'invention par rapport à l'art antérieur est donc de pouvoir effectuer des mises en forme plus profondes à l'état W, voire d'éliminer une mise en solution intermédiaire pour les mises en forme très profondes.

Il a été ainsi possible de fabriquer des pièces en une seule passe, alors que selon l'art antérieur, deux passes étaient nécessaires pour les réaliser.

Tableau 3

Ex	Cu (%)	Mg (%)	Mn (%)	Fe (%)	Si (%)	ép. bobinage après LàC [mm]	temp. De bobinage après LàC [°C]	mise en solution	épaisseur finale [mm]
2a	4,12	1,29	0,49	0,17	0,08	4,0	290	496°C / 13 min	1,6
2b	4,17	1,37	0,48	0,18	0,10	4,4	291	496°C / 13 min	1,6
2c	4,05	1,27	0,41	0,06	0,04	4,0	307	496°C / 13 min	1,6
2h	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496°C / 13 min	1,6
2j	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	5,8	324	498°C / 13 min	3,2
2k	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	498°C / 13 min	3,2
2L	4,24	1,51	0,62	0,16	0,07	5,8	291	498°C / 13 min	3,2
2m	4,35	1,51	0,64	0,19	0,11	5,9	307	498°C / 13 min	3,2
2n	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	5,0	307	500°C / 33 min	5,0
2p	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1

Tableau 3

Ex	Cu (%)	Mg (%)	Mn (%)	Fe (%)	Si (%)	ép. bobinage après LàC [mm]	temp. De bobinage après LàC [°C]	mise en solution	épaisseur finale [mm]
2a	4,12	1,29	0,49	0,17	0,08	4,0	290	496°C / 13 min	1,6
2b	4,17	1,37	0,48	0,18	0,10	4,4	291	496°C / 13 min	1,6
2c	4,05	1,27	0,41	0,06	0,04	4,0	307	496°C / 13 min	1,6
2h	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496°C / 13 min	1,6
2j	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	5,8	324	498°C / 13 min	3,2
2k	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	498°C / 13 min	3,2
2L	4,24	1,51	0,62	0,16	0,07	5,8	291	498°C / 13 min	3,2
2m	4,35	1,51	0,64	0,19	0,11	5,9	307	498°C / 13 min	3,2
2n	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	5,0	307	500°C / 33 min	5,0
2p	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1

Tableau 4

Ex	R _{p0,2} [MPa]			R _m [MPa]			A [%]			A _g [%]			A _p [%]			LDH	CLF						
	45°			45°			45°			45°			45°				L=500		L=300				
	TL	L		TL	L		TL	L		TL	L		TL	L			ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂			
2a	158	172	161				353	362	353	26,8	19,5	26,2	22,5	17,5	23,5	20,7	20,0	20,5					
2b	159	179	162				356	368	356	25,3	20,6	26,6	22	18,5	23,5	20,6	19,1	22,3					
2h	182	193	181				377	390	377	24,4	18,8	23,2	22,5	17,8	21,5	19,3	18,9	22,6					
2j	198	205	194				382	398	382	31,4	28	29,1	27,5	24,5	25,5	23,5	19,5	23,8					
2k	182	222	192				379	406	379	32	25,7	29,4	28,5	23	26	24,6	22,6	23,6					
2L	190	205	196				396	409	396	27,6	20,5	27,8	24,5	19,5	25	21,5	19,5	21,5					
2m	182	197	186				395	404	395	28,4	23	29,1	24,5	20,5	26	20,6	18,5	19,5					
2n	182	182						375		26,5	26,3												
2p	188	195						373	380	27,1	25,3								76,4	0,24	0,21	0,21	0,05
																			75,4	0,20	0,16	0,14	0,04

Tableau 4

Ex	R _{p0,2} [MPa]			R _m [MPa]			A [%]			A _g [%]			A _p [%]			LDH	CLF				
	TL		45°	TL		L	45°	TL	L	45°	TL	L	45°	TL	L		45°	L=500		L=300	
	L																	ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂
2a	158	172	161	350	362	353	26,8	19,5	26,2	22,5	17,5	23,5	20,7	20,0	20,5						
2b	159	179	162	355	368	356	25,3	20,6	26,6	22	18,5	23,5	20,6	19,1	22,3						
2h	182	193	181	381	390	377	24,4	18,8	23,2	22,5	17,8	21,5	19,3	18,9	22,6						
2j	198	205	194	402	398	382	31,4	28	29,1	27,5	24,5	25,5	23,5	19,5	23,8						
2k	182	222	192	377	406	379	32	25,7	29,4	28,5	23	26	24,6	22,6	23,6						
2L	190	205	196	391	409	396	27,6	20,5	27,8	24,5	19,5	25	21,5	19,5	21,5						
2m	182	197	186	391	404	395	28,4	23	29,1	24,5	20,5	26	20,6	18,5	19,5						
2n	182	182		376	375		26,5	26,3								76,4	0,24	0,21	0,21	0,05	
2p	188	195		373	380		27,1	25,3								75,4	0,20	0,16	0,14	0,04	

Exemple 3

[0033] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 5. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460°C et 510°C pendant 3 h à 6 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles découpées à partir de ces bandes ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages indiquée dans le Tableau 6 (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées, mûries (au moins 48 h à température ambiante). Ensuite on a effectué un écrouissage à froid par défripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente visée de 1,5 %. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 6.

Les exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w, 3x correspondent à la présente invention. Les exemples 3e, 3f, 3g, 3h, 3i, 3j, 3k, 3L, 3m, 3n, 3p, 3q, 3r correspondent à l'art antérieur. Les exemples 3a, 3b, 3c, 3d correspondent aux exemples 2h, 2f, 2L et 2m de l'exemple 2; ils figurent ici à titre de comparaison pour représenter un 2024 état W selon l'art antérieur.

[0034] Lorsque l'on compare les tôles utilisées dans le procédé selon l'invention (composition optimisée à l'état T3) aux tôles utilisées dans les procédés selon l'art antérieur, c'est-à-dire un alliage 2024 à l'état T3 (exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w) ou W (exemples 3a, 3b, 3c, 3d)), on constate que pour une épaisseur donnée, le procédé selon l'invention conduit à une meilleure formabilité, telle qu'elle ressort de l'allongement à rupture et surtout des valeurs LDH et CLF. Le retour élastique est moins élevé que selon l'art antérieur.

Plus particulièrement, lorsque la composition chimique se situe dans le domaine préférentiel, le procédé conduit à une amélioration de la formabilité telle qu'elle est caractérisée par les paramètres qui viennent d'être énumérés. Il est possible d'effectuer une mise en forme beaucoup plus sévère qu'à l'état T3 de l'art antérieur, ou même supprimer la mise en solution puisque le procédé selon l'invention conduit à un produit à l'état T3 qui a des propriétés de formabilité au moins aussi bonnes que le produit à l'état W issu du procédé selon l'art antérieur.

[0035] Par ailleurs, on a effectué sur deux tôles un étirage conduisant à un allongement total de 3% ou 5 %, et on a mesuré avant et après étirage les propriétés de tolérances aux dommages, à savoir la ténacité K_{C0} et K_C dans les sens T-L et L-T. On a également mesuré les caractéristiques mécaniques dans le sens T-L. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 7.

[0036] On constate que le procédé selon l'invention ne conduit pas, après mise en forme par étirage, à une diminution notable des propriétés de tolérance aux dommages, contrairement au procédé selon l'art antérieur. On constate même que le procédé selon l'invention améliore la tolérance aux dommages sur un état étiré, soit l'état dans lequel se trouve la pièce à l'état fini.

Exemple 3

[0033] On a élaboré divers alliages dont les compositions sont indiquées dans le Tableau 5. Des plaques de laminage ont été coulées, scalpées, puis homogénéisées à une température comprise entre 460°C et 510°C pendant 3 h à 6 h. Après placage avec un alliage 1050, les plaques ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur finale supérieure ou égale à 4 mm ; pour des épaisseurs inférieures, on a laminé les bandes à froid. Les tôles découpées à partir de ces bandes ont été soumises à une mise en solution typique pour ces types d'alliages indiquée dans le Tableau 6 (voir prEN 4211 de juillet 95), trempées, mûries (au moins 48 h à température ambiante). Ensuite on a effectué un écrouissage à froid par défripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente visée de 1,5 %. Les résultats sont rassemblés dans le tableau 6.

Les exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w, 3x correspondent à la présente invention. Les exemples 3e, 3f, 3g, 3h, 3i, 3j, 3k, 3L, 3m, 3n, 3p, 3q, 3r correspondent à l'art antérieur. Les exemples 3a, 3b, 3c, 3d correspondent aux exemples 2h, 2f, 2L et 2m de l'exemple 2; ils figurent ici à titre de comparaison pour représenter un 2024 état W selon l'art antérieur.

[0034] Lorsque l'on compare les tôles utilisées dans le procédé selon l'invention (composition optimisée à l'état T3) aux tôles utilisées dans les procédés selon l'art antérieur, c'est-à-dire un alliage 2024 à l'état T3 (exemples 3s, 3t, 3u, 3v, 3w) ou W (exemples 3a, 3b, 3c, 3d), on constate que pour une épaisseur donnée, le procédé selon l'invention conduit à une meilleure formabilité, telle qu'elle ressort de l'allongement à rupture et surtout des valeurs LDH et CLF. Le retour élastique est moins élevé que selon l'art antérieur.

Plus particulièrement, lorsque la composition chimique se situe dans le domaine préférentiel, le procédé conduit à une amélioration de la formabilité telle qu'elle est caractérisée par les paramètres qui viennent d'être énumérés. Il est possible d'effectuer une mise en forme beaucoup plus sévère qu'à l'état T3 de l'art antérieur, ou même supprimer la mise en solution puisque le procédé selon l'invention conduit à un produit à l'état T3 qui a des propriétés de formabilité au moins aussi bonnes que le produit à l'état W issu du procédé selon l'art antérieur.

[0035] Par ailleurs, on a effectué sur deux tôles un étirage conduisant à un allongement total de 3% ou 5 %, et on a mesuré avant et après étirage les propriétés de tolérances aux dommages, à savoir la ténacité K_{IC} et K_C dans les sens T-L et L-T. On a également mesuré les caractéristiques mécaniques dans le sens T-L. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 7.

[0036] On constate que le procédé selon l'invention ne conduit pas, après mise en forme par étirage, à une diminution notable des propriétés de tolérance aux dommages, contrairement au procédé selon l'art antérieur. On constate même que le procédé selon l'invention améliore la tolérance aux dommages sur un état étiré, soit l'état dans lequel se trouve la pièce à l'état fini.

Tableau 5

Ex	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Ep.de bobinage après LàC [mm]	temp.de bobinage après LàC [°C]	mise en solution	épaisseur finale [mm]	
3a	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496°C / 13 min	1,6	ant
3b	4,14	1,38	0,50	0,14	0,07	4,2	304	498,5°C / 13 min	2,0	ant
3c	4,24	1,51	0,62	0,16	0,07	5,8	291	498°C / 13 min	3,2	ant
3d	4,35	1,51	0,64	0,19	0,11	5,9	307	498°C / 13 min	3,2	ant
3e	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1	inv
3f	4,12	1,29	0,49	0,17	0,08	4,0	290	496,5°C / 11 min	1,6	inv
3g	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	4,0	284	500°C / 20 min	1,6	inv
3h	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	4,0	307	498°C / 11 min	1,8	inv
3i	4,15	1,28	0,40	0,10	0,05	4,0	304	498,5°C / 13 min	1,6	inv
3j	4,05	1,27	0,41	0,06	0,004	4,0	307	496°C / 11 min	1,6	inv
3k	4,20	1,42	0,48	0,176	0,087	5,8	327	498,5°C / 20 min	3,2	inv
3L	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	5,8	324	498,5°C / 19 min	3,2	inv
3m	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	500°C / 40 min	3,2	inv
3n	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	498,5°C / 19 min	3,2	inv
3p	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	6,4	331	498°C / 19 min	4,0	inv
3q	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	6,5	254	500°C / 45 min	6,4	inv
3r	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	5,0		500°C / 33 min	5,0	inv

Tableau 5

Ex	Cu (%)	Mg (%)	Mn (%)	Fe (%)	Si (%)	Ep de bobinage après LàC [mm]	temp.de bobinage après LàC [°C]	mise en solution	épaisseur finale [mm]	
3a	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496°C / 13 min	1,6	ant
3b	4,14	1,38	0,50	0,14	0,07	4,2	304	498,5°C / 13 min	2,0	ant
3c	4,24	1,51	0,62	0,16	0,07	5,8	291	498°C / 13 min	3,2	ant
3d	4,35	1,51	0,64	0,19	0,11	5,9	307	498°C / 13 min	3,2	ant
3e	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1	inv
3f	4,12	1,29	0,49	0,17	0,08	4,0	290	496,5°C / 11 min	1,6	inv
3g	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	4,0	284	500°C / 20 min	1,6	inv
3h	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	4,0	307	498°C / 11 min	1,8	inv
3i	4,15	1,28	0,40	0,10	0,05	4,0	304	498,5°C / 13 min	1,6	inv
3j	4,05	1,27	0,41	0,06	0,004	4,0	307	496°C / 11 min	1,6	inv
3k	4,20	1,42	0,48	0,176	0,087	5,8	327	498,5°C / 20 min	3,2	inv
3L	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	5,8	324	498,5°C / 19 min	3,2	inv
3m	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	500°C / 40 min	3,2	inv
3n	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	5,8	279	498,5°C / 19 min	3,2	inv
3p	4,31	1,38	0,34	0,13	0,08	6,4	331	498°C / 19 min	4,0	inv
3q	4,15	1,32	0,39	0,078	0,040	6,5	254	500°C / 45 min	6,4	inv
3r	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036	5,0		500°C / 33 min	5,0	inv

3s	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496,5°C / 11 min	1,6	ant
3t	4,14	1,38	0,50	0,14	0,07	4,0	308	498,5°C / 13 min	2	ant
3u	4,30	1,38	0,51	0,15	0,07	4,0	304	496,5°C / 11 min	1,6	ant
3v	4,35	1,51	0,63	0,19	0,11	5,8	314	498,5°C / 19 min	3,2	ant
3w	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1	ant
3x	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036			500° / 30 min	1,6	inv

3s	4,39	1,48	0,63	0,18	0,09	4,0	287	496,5°C / 11 min	1,6	ant
3t	4,14	1,38	0,50	0,14	0,07	4,0	308	498,5°C / 13 min	2	ant
3u	4,30	1,38	0,51	0,15	0,07	4,0	304	496,5°C / 11 min	1,6	ant
3v	4,35	1,51	0,63	0,19	0,11	5,8	314	498,5°C / 19 min	3,2	ant
3w	4,32	1,41	0,50	0,17	0,09	5,1	325	498,5°C / 23 min	5,1	ant
3x	4,00	1,25	0,43	0,066	0,036			500° / 30 min	1,6	inv

Tableau 6

Ex	ép.	R _{p0,2} [MPa]			R _m [MPa]			A [%]			A _g [%]			A _p [%]			LDH	CLF						retour élastique
		TL L 45°			TL L 45°			TL L 45°			TL L 45°			TL L 45°				L = 500		L = 300				
																		ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂			
	mm																							
3a/ant	1,6	182	193	181	381	390	377	24,4	18,8	23,2	22,5	17,8	21,5	19,3	18,9	22,2								
3b/ant	2,0	177	175		373	374		24	22,6													0,15		
3c/ant	3,2	190	205	196	391	409	396	27,6	20,5	27,8	24,5	19,5	25,0	21,5	19,5	21,5								
3d/ant	3,2	182	197	186	391	404	395	28,4	23	29,1	24,5	20,5	26	20,6	18,5	19,5								
3e/ant	5,1	188	195		373	380		27,1	25,3								75,4	0,20	0,16	0,14	0,04			
3f/inv	1,6	309	346	309	436	449	433	19	18	23	16,5	16,5	20,5	16	17,8	19	70,4							
3g/inv	1,6	302	349	312	435	448	433	21,2	19,2	21,9	18,5	17,5	19,5	20,7	16,4	19,6	74,8							
3h/inv	1,8	295	335		433	448		22,0	17,5								72,5	0,23	0,14	0,20	0,02			
3i/inv	1,6	290			428			24,6									76,2							
3j/inv *	1,6	277			430			20														0,12		
3k/inv	3,2	295	351	319	444	457	441	25,6	22,3	21,0	19,0	18,0	17,0	19,4	17,7	18,7	76,0							
3L/inv	3,2	309	321	296	444	449	438	26,1	24,9	27,1	20,0	21,0	20,0	20,6	19,3	22,5	85,4							
3m/inv	3,2	302	348	302	442	456	438	25,3	22,5	27,3	19,5	18,0	22,0	20,4	19,2	22,1	81,7							
3n/inv	3,2	310	334	304	441	455	433	25,4	22,2	25,2	21,5	18,0	19,0	20,5	19,0	21,8								
3p/inv	4,0	302	324	297	442	452	440	21,5	21,5	25,5	18,5	18,5	20,5	21,5	20,3	21,9	87,8							
3q/inv	6,4	307	341	316	448	458	446	22,6	22,9	23,4	18,5	19,5	17,5	22,7	23,3	25,5	84,7							

Tableau 6

Ex	ép.	R _{p0,2} [MPa]			R _m [MPa]			A [%]			A _g [%]			A _{tp} [%]			LDH	CLF				retour élastique
		TL	L	45°	Tl	L	45°	TL	L	45°	TL	L	45°	TL	L	45°		ε ₁	ε ₂	ε ₁	ε ₂	
3a/ant	1,6	182	193	181	381	390	377	24,4	18,8	23,2	22,5	17,8	21,5	19,3	18,9	22,2						
3b/ant	2,0	177	175		373	374		24	22,6												0,15	
3c/ant	3,2	190	205	196	391	409	396	27,6	20,5	27,8	24,5	19,5	25,0	21,5	19,5	21,5		0,16	0,15	0,15	0,05	
3d/ant	3,2	182	197	186	391	404	395	28,4	23	29,1	24,5	20,5	26	20,6	18,5	19,5						
3e/ant	5,1	188	195		373	380		27,1	25,3								75,4	0,20	0,16	0,14	0,04	
3f/inv	1,6	309	346	309	436	449	433	19	18	23	16,5	16,5	20,5	16	17,8	19	70,4					
3g/inv	1,6	302	349	312	435	448	433	21,2	19,2	21,9	18,5	17,5	19,5	20,7	16,4	19,6	74,8					
3h/inv	1,8	295	335		433	448		22,0	17,5								72,5	0,23	0,14	0,20	0,02	
3i/inv	1,6	290			428			24,6									76,2					
3j/inv *	1,6	277			430			20													0,12	
3k/inv	3,2	295	351	319	444	457	441	25,6	22,3	21,0	19,0	18,0	17,0	19,4	17,7	18,7	76,0					
3L/inv	3,2	309	321	296	444	449	438	26,1	24,9	27,1	20,0	21,0	20,0	20,6	19,3	22,5	85,4					
3m/inv	3,2	302	348	302	442	456	438	25,3	22,5	27,3	19,5	18,0	22,0	20,4	19,2	22,1	81,7					
3n/inv	3,2	310	334	304	441	455	433	25,4	22,2	25,2	21,5	18,0	19,0	20,5	19,0	21,8						
3p/inv	4,0	302	324	297	442	452	440	21,5	21,5	25,5	18,5	18,5	20,5	21,5	20,3	21,9	87,8					
3q/inv	6,4	307	341	316	448	458	446	22,6	22,9	23,4	18,5	19,5	17,5	22,7	23,3	25,5	84,7					

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

3r/inv	5,0	300	320	429	438		21,9	21,8									80,5	0,27	0,22	0,20	0,03	
3s/ant	1,6	318	368	322	459	463	443	17,8	16,4	19,4	14,5	13,5	15,5	14,8	15,1	17,6	69,0					0,14 (**)
3t/ant	2,0	302	334		438	444		19,5	20,4								70,0	0,17	0,14	0,15	0,03	
3u/ant	1,6	317	362		445	453		20,1	18,3													
3v/ant	3,2	327	364	338	458	471	457	19,5	20,4	22,2	16,0	16,5	17,5	18,8	16,7	20,5	71,1					
3w/ant	5,0	307			446			21,5									75,4	0,17	0,16	0,13	0,02	
3x/inv	1,6	295	320		432	437		24,1	23,9								77,0					

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55

Tableau 7

Ex	R _{p0,2} (TL) [MPa]	R _m (TL) [MPa]	A%	K _{C0} (T-L) [MPa√m]	K _C (T-L) [MPa√m]	K _{C0} (L-T) [MPa√m]	K _C (L-T) [MPa√m]
3u	317	445	20,1	78	122	93,1	139,6
3u(*)	353	455	17	74,1	103,6	88,5	116,3
3x	295	432	24,1	81,6	137,7	91	148,3
3x (*)	358	455	16,2	85,6	129,7	93,3	137,5
3x (£)	344	452	18,8	84,2	131,3	95,4	138,5

(*) après 5 % d'allongement total sur état T4

(£) après 3 % d'allongement total

Revendications

1. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
- b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,
- d) éventuellement laminage à froid de la bande,
- e) éventuellement recuit de la bande à une température comprise entre 350 et 450°C,
- f) découpe des tôles,
- g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
- h) trempe,
- e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'une première mise en forme a lieu avant la mise en solution et que la pièce formée est soumise, après mise en solution et trempe, au procédé suivant:

- a) éventuellement transfert immédiat de la pièce fraîchement trempée dans une chambre froide à une température inférieure à 10°C et préférentiellement inférieure à 0°C ,
- b) moins d'une heure après la trempe ou la sortie de la pièce de la chambre froide, nouvelle mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.

3. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant la fabrication d'une tôle par les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
- b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
- c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
- d) découpe des tôles,

ces tôles présentant, dans les sens L et LT, un allongement à rupture A supérieur à 13,5% et préférentiellement supérieur à 15%, et étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par les étapes suivantes:

- e) mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage,

Tableau 7

Ex	R _{p0,2} (TL) [MPa]	R _m (TL) [MPa]	A%	K _{C0} (T-L) [MPa√m]	K _C (T-L) [MPa√m]	K _{C0} (L-T) [MPa√m]	K _C (L-T) [MPa√m]
3u	317	445	20,1	78	122	93,1	139,6
3u(*)	353	455	17	74,1	103,6	88,5	116,3
3x	295	432	24,1	81,6	137,7	91	148,3
3x (*)	358	455	16,2	85,6	129,7	93,3	137,5
3x (£)	344	452	18,8	84,2	131,3	95,4	138,5

(*) après 5 % d'allongement total sur état T4

(£) après 3 % d'allongement total

Revendications

1. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg comportant les étapes suivantes:

a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
 b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et de préférence comprise entre 440 et 460°C,
 d) éventuellement laminage à froid de la bande,
 e) éventuellement recuit de la bande à une température comprise entre 350 et 450°C,
 f) découpe des tôles,
 g) mise en solution entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
 h) trempe,
 e) mise en forme par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage, cette mise en forme pouvant également intervenir après l'étape f).

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'une première mise en forme a lieu avant la mise en solution et que la pièce formée est soumise, après mise en solution et trempe, au procédé suivant:

a) éventuellement transfert immédiat de la pièce fraîchement trempée dans une chambre froide à une température inférieure à 10°C et préférentiellement inférieure à 0°C ,
 b) moins d'une heure après la trempe ou la sortie de la pièce de la chambre froide, nouvelle mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.

3. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant la fabrication d'une tôle par les étapes suivantes:

a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
 b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
 d) découpe des tôles,

ces tôles présentant, dans les sens L et LT, un allongement à rupture A supérieur à 13,5% et préférentiellement supérieur à 15%, et étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par les étapes suivantes:

e) mise en forme de la tôle par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage,

f) mise en solution des pièces formées à une température comprise entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,

g) trempe.

- 5 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la tôle est plaquée sur une face ou sur les deux faces par une autre tôle en alliage d'aluminium.
- 5 5. Procédé selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que la température de sortie du laminage à chaud est >300°C, et de préférence >310°C.
- 10 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on effectue un laminage à froid entre le laminage à chaud et la découpe des tôles.
- 15 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4 %, et préférentiellement entre 1,25 et 1,35 %.
- 20 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise entre 0,30 et 0,45 %.
- 25 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la teneur en Si est inférieure à 0,10% et de préférence inférieure à 0,08%.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la teneur en Fe est inférieure à 0,10%.
- 30 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que Zn < 0,20% , Cr < 0,07% et de préférence < 0,05% , Zr < 0,07% et de préférence < 0,05 % , Ti 0,07% et de préférence < 0,05%.
13. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant les étapes suivantes:
35 a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et de préférence à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h ,
40 c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
d) éventuellement laminage à froid,
e) découpe des tôles,
f) mise en solution des tôles entre 480 et 500°C d'une durée comprise entre 5 mn et 1h,
g) trempe,
45 h) mise en forme des tôles par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%.
- 50 15. Procédé selon l'une des revendications 13 ou 14, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4% et préférentiellement entre 1,25 et 1,35%.
16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise
55 entre 0,30 et 0,45%,
17. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon l'une des revendications 13 à 16 comportant la fabrication de tôles par les étapes suivantes:

f) mise en solution des pièces formées à une température comprise entre 480 et 500°C, d'une durée comprise entre 5 mn et 1 h,
g) trempe.

- 5 4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que la tôle est plaquée sur une face ou sur les deux faces par une autre tôle en alliage d'aluminium.
5. Procédé selon l'une des revendications 3 ou 4, caractérisé en ce que la température de sortie du laminage à chaud est >300°C, et de préférence >310°C.
- 10 6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on effectue un laminage à froid entre le laminage à chaud et la découpe des tôles.
- 15 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4 %, et préférentiellement entre 1,25 et 1,35 %.
- 20 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise entre 0,30 et 0,45 %.
- 25 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que la teneur en Si est inférieure à 0,10% et de préférence inférieure à 0,08%.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que la teneur en Fe est inférieure à 0,10%.
- 30 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que Zn < 0,20% , Cr < 0,07% et de préférence < 0,05% , Zr < 0,07% et de préférence < 0,05 % , Ti 0,07% et de préférence < 0,05%.
13. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon la revendication 1, comportant les étapes suivantes:
35 a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 3,8 - 4,5 Mg: 1,2 - 1,5 Mn: 0,3 - 0,5 Si < 0,25 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,10 Zr < 0,10 Ti < 0,10 ,
b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et de préférence à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h ,
40 c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
d) éventuellement laminage à froid,
e) découpe des tôles,
f) mise en solution des tôles entre 480 et 500°C d'une durée comprise entre 5 mn et 1h,
g) trempe,
45 h) mise en forme des tôles par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.
14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que la teneur en Cu est comprise entre 3,9 et 4,3%, et préférentiellement entre 3,9 et 4,2%.
- 50 15. Procédé selon l'une des revendications 13 ou 14, caractérisé en ce que la teneur en Mg est comprise entre 1,2 et 1,4% et préférentiellement entre 1,25 et 1,35%.
16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que la teneur en Mn est comprise entre 0,30 et 0,45%,
55
17. Procédé de fabrication de pièces fortement déformées en alliage AlCuMg selon l'une des revendications 13 à 16 comportant la fabrication de tôles par les étapes suivantes:

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 4 - 4,5 Mg: 1,25 - 1,45 Mn: 0,30 - 0,45 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05 ,
 b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
 c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
 d) éventuellement laminage à froid,
 e) découpe de tôles,
 f) mise en solution de ces tôles à une température comprise entre 480 et 500°C entre 5 mn et 1 h,
 f) trempe,

ces tôles étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.

18. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que on opère la mise en forme moins d'une heure après la trempe.
19. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce qu'entre la trempe et la mise en forme, la tôle fraîchement trempée est stockée dans une chambre froide à une température inférieure à 0°C.
20. Procédé selon l'une des revendications 18 ou 19, caractérisé en ce que la tôle laminée à chaud montre pour une épaisseur de 5 mm une courbe limite de formage caractérisée par une valeur $\epsilon_1 > 0,18$ pour L = 300 mm, ou $\epsilon_1 > 0,22$ pour L = 500 mm.
21. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en qu'entre la trempe et la mise en forme, on effectue un écrouissage à froid par laminage ou defripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%.
22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défrilage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 20% et de préférence supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm;

b)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs Ag mesurée dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à A > 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs Ag % mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

d)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et

EP 1 045 043 A1

- a) coulée d'une plaque de composition (% en poids): Cu: 4 - 4,5 Mg: 1,25 - 1,45 Mn: 0,30 - 0,45 Si < 0,10 Fe < 0,20 Zn < 0,20 Cr < 0,05 Zr < 0,03 Ti < 0,05 ,
b) éventuellement homogénéisation à une température comprise entre 460 et 510°C entre 2 et 12 h, et préférentiellement à une température comprise entre 470 et 500°C pour une durée entre 3 et 6 h,
c) laminage à chaud avec une température d'entrée comprise entre 430 et 470°C, et préférentiellement comprise entre 440 et 460°C,
d) éventuellement laminage à froid,
e) découpe de tôles,
f) mise en solution de ces tôles à une température comprise entre 480 et 500°C entre 5 mn et 1 h,
g) trempe,

ces tôles étant utilisées pour la fabrication de pièces fortement déformées par un ou plusieurs procédés tels que l'étirage-formage, l'emboutissage, le fluotournage ou le pliage.

18. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que on opère la mise en forme moins d'une heure après la trempe.
19. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en ce qu'entre la trempe et la mise en forme, la tôle fraîchement trempée est stockée dans une chambre froide à une température inférieure à 0°C.
20. Procédé selon l'une des revendications 18 ou 19, caractérisé en ce que la tôle laminée à chaud montre pour une épaisseur de 5 mm une courbe limite de formage caractérisée par une valeur $\epsilon_1 > 0,18$ pour $L = 300$ mm, ou $\epsilon_1 > 0,22$ pour $L = 500$ mm.
21. Procédé selon l'une des revendications 13 à 17, caractérisé en qu'entre la trempe et la mise en forme, on effectue un écrouissage à froid par laminage ou defripage, suivi d'une traction contrôlée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%.
22. Procédé selon la revendication 21, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou defripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins un des ensembles de propriétés suivants:

a)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 20% et de préférence supérieure à 22%, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm;

b)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g mesurée dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

c)

- une valeur moyenne des trois valeurs de l'allongement A mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à $A > 22\%$, et
- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 305 MPa, et
- une valeur moyenne des trois valeurs A_g % mesurées dans les sens TL, L et à 45° supérieure à 18%;

d)

- une valeur moyenne des trois valeurs $R_{p0,2}$ mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 305 MPa, et

EP 1 045 043 A1

- une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane A_{tp} mesurées dans les sens TL, L et à 45° , supérieure à 18%,
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

23. Procédé selon l'une des revendications 21 et 22, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défrilage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins une des trois propriétés suivantes:

- (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
- (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,18$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur comprise entre 1,4 mm et 2 mm,
- (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,35$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur comprise entre 5,5 mm et 8 mm.

24. Procédé selon l'une des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défrilage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins l'une des propriétés suivantes:

- (a) $K_c (L-T) > 120 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (b) $K_{c0} (L-T) > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (c) $K_c (T-L) > 125 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (d) $K_{c0} (T-L) > 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

EP 1 045 043 A1

- une valeur moyenne des trois valeurs de traction plane A_{tp} mesurées dans les sens TL, L et à 45°, supérieure à 18%,
- une valeur LDH supérieure à 72 mm pour une épaisseur de 1,6 mm, ou une valeur LDH supérieure à 76 mm pour une épaisseur de 3,2 mm, ou une valeur LDH supérieure à 80 mm pour une épaisseur comprise entre 4 et 7 mm.

23. Procédé selon l'une des revendications 21 et 22, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins une des trois propriétés suivantes:

- (a) la valeur LDH est supérieure à 40 mm pour une épaisseur inférieure à 4 mm, ou supérieure à 74 mm pour une épaisseur supérieure à 4 mm,
- (b) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,18$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur comprise entre 1,4 mm et 2 mm,
- (c) la courbe limite de formage montre un coefficient $\epsilon_1 > 0,35$ pour $L = 500$ mm pour une épaisseur comprise entre 5,5 mm et 8 mm.

24. Procédé selon l'une des revendications 21 à 23, caractérisé en ce que la tôle mise en solution, trempée, écrouie à froid par laminage ou défripage et éventuellement tractionnée avec une déformation permanente comprise entre 0,5 et 5%, présente au moins l'une des propriétés suivantes:

- (a) $K_c (L-T) > 120 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (b) $K_{c0} (L-T) > 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (c) $K_c (T-L) > 125 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- (d) $K_{c0} (T-L) > 80 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 00 42 0071

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CL.7)
D,A	EP 0 731 185 A (PECHINEY RHENALU) 11 septembre 1996 (1996-09-11) * revendications 1-35 * * tableaux 1-5 * * exemples 1-3 *	1-24	C22C21/16 C22F1/057
D,A	WO 96 29440 A (KAISER ALUMINIUM CHEM CORP) 26 septembre 1996 (1996-09-26) * revendications 1-22 * * exemples 1-3 *	1-24	
A	EP 0 489 408 A (ALUMINUM CO OF AMERICA) 10 juin 1992 (1992-06-10) * revendications 1-10 *	1-24	
A	US 4 784 921 A (HYLAND M E ET AL) 15 novembre 1988 (1988-11-15) * revendications 1-40 *	1-24	
D,A	EP 0 473 122 A (ALUMINUM CO OF AMERICA) 4 mars 1992 (1992-03-04) * revendications 1-20 *	1-24	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.7)
			C22C C22F
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 5 juin 2000	Examineur Vlassi, E
<p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons</p> <p>..... & : membre de la même famille, document correspondant</p>			

EPO FORM 1503 (03.02) (P/C22)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 00 42 0071

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

05-06-2000

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 0731185 A	11-09-1996	FR 2731440 A	13-09-1996
		DE 69606208 D	24-02-2000
WO 9629440 A	26-09-1996	AU 5422096 A	08-10-1996
		EP 0817870 A	14-01-1998
		JP 11502264 T	23-02-1999
		US 5897720 A	27-04-1999
		US 5938867 A	17-08-1999
EP 0489408 A	10-06-1992	CA 2056750 A	04-06-1992
		JP 5195172 A	03-08-1993
US 4784921 A	15-11-1988	AT 68529 T	15-11-1991
		CA 1286208 A	16-07-1991
		DE 3682059 A	28-11-1991
		EP 0245464 A	19-11-1987
		JP 63501581 T	16-06-1988
		WO 8702712 A	07-05-1987
		US 4840852 A	20-06-1989
EP 0473122 A	04-03-1992	AU 657692 B	23-03-1995
		AU 8270491 A	05-03-1992
		BR 9103666 A	19-05-1992
		CA 2049840 A	28-02-1992
		DE 69125436 D	07-05-1997
		DE 69125436 T	07-05-1998
		ES 2102376 T	01-08-1997
		JP 5339687 A	21-12-1993
		US 5213639 A	25-05-1993

EPO FORM P0400

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82